

①⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift  
⑩ DE 44 36 046 A 1

⑤① Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**B 29 B 13/06**  
C 08 G 63/90  
// C 08 F 6/00, B 29 K  
67:00

②① Aktenzeichen: P 44 36 046.0  
②② Anmeldetag: 10. 10. 94  
④③ Offenlegungstag: 11. 4. 96

DE 44 36 046 A 1

⑦① Anmelder:  
Hoechst Trevira GmbH & Co. KG, 65929 Frankfurt, DE

⑦② Erfinder:  
Bayersdorfer, Lothar, Dr., 86156 Augsburg, DE;  
Mehdorn, Frank, Dr., 13627 Berlin, DE

⑤④ Verfahren zum Trocknen von abbauegefährdeten thermoplastischen Polymeren

⑤⑦ Beschrieben wird ein Verfahren zum Trocknen von, insbesondere durch Hydrolyse, abbauegefährdeten Polymerisaten und Polykondensaten durch Behandlung der Polymeren in Form von festen Partikeln mit einem Trockengas in einer geeigneten Trockenvorrichtung, bei dem die Behandlung bei einer Temperatur unterhalb 100°C vorgenommen und ein Trockengas eingesetzt wird, dessen Taupunkt unter -25°C liegt. Vorzugsweise erfolgt die Trockenbehandlung in einem gebräuchlichen Lagerbehälter (z. B. Silo) während der Lagerzeit.  
Das Verfahren eignet sich besonders zur Trocknung von Polymermaterialien mit niedrigem Erweichungspunkt und als Vortrocknungsschritt in einem zweistufigen Trockenprozeß, der in der zweiten Stufe bei Temperaturen oberhalb 100°C ausgeführt wird.

DE 44 36 046 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen  
BUNDESDRUCKEREI 02. 96 602 015/362

Best Available Copy



Thermoplastische Polymere werden wegen ihrer ausgezeichneten mechanischen und elektrischen Eigenschaften, ihrer guten chemischen Resistenz bei normalen Umgebungstemperaturen sowie ihrer physiologischen Unbedenklichkeit im größten Ausmaß für die Herstellung von technischen Produkten und Verbrauchsgütern wie z. B. Formkörpern aller Art oder technischen und textilen Fasermaterialien eingesetzt. Die Verarbeitung der thermoplastischen Polymerisate zu verformten Gebilden erfolgt durch Aufschmelzen des Polymerisats und Extrusion in eine Form (bei der Herstellung von Formkörpern) nach dem Spritzgußverfahren oder durch Extrusion in den freien Raum oder in ein kühlendes Medium z. B. bei der Herstellung von Fasermaterialien.

In allen Fällen geht der Verformung des thermoplastischen Polymermaterials ein Aufschmelzvorgang voraus, während dem das Polymermaterial eine nicht unerhebliche Zeitlang auf einer erhöhten Temperatur gehalten werden muß. Das Aufheizen und das Verweilen der thermoplastischen Polymere auf der Extrusionstemperatur führt in den meisten Fällen zur Reaktion der Polymere mit ihrer Umgebung bzw. zu einem gewissen Abbau der Makromoleküle was eine unerwünschte Herabsetzung der mechanischen Eigenschaften aber auch unerwünschte sonstige Veränderungen wie z. B. Verfärbungen zur Folge hat. Man bemüht sich daher in der Technik, die Reaktion der Polymere mit der Umgebung und den thermischen Abbau durch geeignete Maßnahmen wie z. B. durch den Einsatz von Inertgasen, inerten Extrudermaterialien und insbesondere eine Reduzierung der Begleitstoffe des Polymers sowie durch möglichst kurze Schmelzzeiten soweit wie möglich zu reduzieren. Ein besonderes Problem ergibt sich bei Polykondensaten die von der Herstellung her meist einen gewissen Wassergehalt aufweisen. Polykondensate wie z. B. Polyamide und insbesondere Polyester weisen hydrolyseempfindliche Amid- oder Estergruppierungen auf und unterliegen daher bei erhöhter Temperatur, wie sie beim Aufschmelzen der Polymere für den Extrusionsvorgang erforderlich ist, in Gegenwart von Wasser einem hydrolytischen Abbau, bei dem Amid- bzw. Estergruppen der Polymerkette gespalten werden. Es ist daher unbedingt erforderlich, solche hydrolyseempfindlichen Polymere vor dem Aufschmelzen und der Formgebung möglichst weitgehend zu trocknen, um den Abbau des Polymers und damit nicht tolerierbare Festigkeitsverluste zu vermeiden.

Thermoplastische Polymerisate werden nach der Herstellung zu Schnitzeln oder Granulat zerkleinert um sie in eine transportfähige und/oder lagerfähige Form zu bringen. Da die Polymerisate nach ihrer Herstellung zur Abkühlung in der Regel in ein Wasserbad extrudiert und anschließend geschnitzelt oder granuliert werden, haftet auf der Oberfläche der Schnitzel bzw. Granulatkörner ein Wasserfilm, der in das Zwischenkornvolumen verdampft und daraus durch ein Trägergas entfernt werden muß. Das bei der Abkühlung der Polymerisate eingesetzte Kühlwasser ist allerdings nicht die einzige Quelle von Feuchtigkeit in den hergestellten Polymerisaten. Vielmehr hat es sich gezeigt, daß die abgekühlten Polymerisatpartikel in der Regel auch aus normaler Umgebungsluft Feuchtigkeit aufnehmen. So können beispielsweise Polyestergranulate die unmittelbar nach der Herstellung einen sehr geringen Wassergehalt aufweisen, bereits nach relativ kurzer Lagerung einen Wasseranteil von 0,5 bis ca. 1% aus der Umgebungsluft aufnehmen.

Werden wasserhaltige thermoplastische Polymerisate wie z. B. die genannten Polyamide oder Polyester zur Weiterverarbeitung durch Extrusion aufgeschmolzen, so findet aufgrund des Wassergehalts ein starker hydrolytischer Abbau des Polymermaterials statt, was einen erheblich ungünstigen Einfluß auf die Weiterverarbeitung des Polymerisats bzw. auf die Eigenschaften (wie z. B. Endfestigkeit) der aus solchen Polymerisaten herstellbaren geformten Gebilden, z. B. der hergestellten Fasermaterialien, hat. Um diesen Nachteil zu vermeiden, ist es erforderlich die Polymerisatschnitzel oder Granulate vor dem Aufschmelzen weitgehend zu trocknen. In der einschlägigen Fachliteratur wie z. B. in H. Ludewig, "Polyesterfasern Chemie und Technologie" (1965) Seite 106 oder auch in dem Aufsatz von K. Schramm in "Kunststoffberater 9/93", Seite 44, wird angegeben, daß z. B. Polyestermaterialien vor dem Wiederaufschmelzen zwecks Verformung auf einen Feuchtigkeitsgehalt von unter 0,005% getrocknet werden müssen.

Nach dem Stand der Technik wird die Trocknung in Vakuumtrocknern oder durch Behandlung des Polymermaterials mit heißen Gasen insbesondere heißer Luft bei Temperaturen von 175 bis 180°C für die Dauer von mehreren Stunden ausgeführt. Der Taupunkt des zur Trocknung benutzten erhitzten Gases soll nach dem Stand der Technik zwischen -30 und -40°C liegen.

Diese herkömmliche Trocknung der Polymermaterialien hat bei abbaufährdeten Polymeren wie beispielsweise Polykondensaten wie Polyamiden oder Polyestern ebenfalls bereits einen hydrolytischen Abbau zur Folge, der die Weiterverarbeitung des Polymerisats und/oder die Eigenschaften der daraus hergestellten geformten Gebilde, wie z. B. Filamente oder Stapelfasern, in einer nicht tolerierbaren Stärke beeinträchtigt.

Aus der deutschen Offenlegungsschrift DE-A-42 16 960 ist auch bereits ein Verfahren bekannt zur Behandlung von Kunststoffgranulat, das nach dem Granulieren in einem Silo gelagert und homogenisiert und vor der Weiterverarbeitung gekühlt wird, bei dem das Granulat zur Kühlung und weiteren Behandlung im Silo mit einem gas- oder dampfförmigen Medium beaufschlagt wird, das durch die Granulatschüttung strömt. Durch diese Gasbehandlung im Lagersilo wird sowohl das auf der Granulatoberfläche haftende Kühlwasser, das in das Zwischenkornvolumen hineinverdunstet, als auch aus dem Granulat ausgasende Reste nicht umgesetzter Monomere, die ebenfalls in das Zwischenkornvolumen hinein ausgasen, aus der Granulatschüttung entfernt. Über diese Angaben hinausgehende Informationen über die Auswirkungen dieses Kühlverfahrens auf den Feuchtigkeitsgehalt des gelagerten Granulats sind dieser Druckschrift nicht zu entnehmen.

Es wurde nun gefunden, daß überraschenderweise die Wassergehalte der Polymergranulate auch bei Temperaturen, die deutlich unter denen der herkömmlichen Trockenverfahren liegen, so weit erniedrigt werden können, daß der bei der Weiterverarbeitung — je nach Anwendungsfall mit oder ohne zusätzliche herkömmliche Trocknung — erfolgende Abbau toleriert werden kann.

Ein Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist somit ein Verfahren zum Trocknen von abbaufährdeten Polymerisaten und Polykondensaten durch Behandlung der Polymeren in Form von festen Partikeln mit einem

Trockengas in einer geeigneten Trockenvorrichtung, wobei die Behandlung bei einer Temperatur unterhalb von 100°C vorgenommen und ein Trockengas eingesetzt wird, dessen Taupunkt unter -25°C liegt.

Abbauegefährdete Polymerisate und Polykondensate im Sinne der vorliegenden Erfindung sind solche, die bei einer bei erhöhter Temperatur erfolgenden Weiterverarbeitung wie z. B. der Extrusion zum Zwecke der Formgebung oder auch bei einem bei hoher Temperatur durchgeführten Trockenprozeß so stark abgebaut werden, daß die Eigenschaften der daraus hergestellten Endprodukte in einem Ausmaß verschlechtert werden, daß nicht mehr toleriert werden kann. Erfahrungsgemäß tritt eine solche nicht mehr tolerierbare Verschlechterung ein, wenn die Granulatfeuchte vor der Weiterverarbeitung, z. B. durch herkömmliche Trocknung und/oder Extrusion, mehr als 0,05 Gew.-%, insbesondere aber mehr als 0,02 Gew.-% beträgt, wobei in der Regel ein Absinken der relativen Viskosität um mehr als 0,02 Viskositätseinheiten beobachtet wird.

Solche abbauegefährdete Polymerisate und Polykondensate neigen bei Einwirkung von erhöhter Temperatur und/oder von chemischen Substanzen wie z. B. Säuren, Basen oder Wasser oder bei längerer Lagerung zu einer Spaltung der Polymerketten. Beispiele für derartige abbauegefährdete hochmolekulare Verbindungen sind insbesondere die oben bereits genannten Polyamide und Polyester bei denen eine hydrolytische oder beispielsweise aminolytische Spaltung der Amid- bzw. Estergruppen eintreten kann.

Von wesentlicher Bedeutung für den erfindungsgemäße Verfahren ist, daß die Behandlung der abbauegefährdeten Polymermaterialien mit dem Trockengas bei einer Temperatur unterhalb 100°C vorgenommen wird. Die Untergrenze der Behandlungstemperatur ist an sich unkritisch, sollte aus praktischen Gründen jedoch möglichst nicht unter -10°, vorzugsweise nicht unter +10°C liegen. Bevorzugt wird die Behandlung des abbauegefährdeten Polymermaterials mit dem Trockengas bei einer Temperatur unterhalb 60°C, insbesondere unterhalb von 35°C, vorgenommen.

Auf jeden Fall wird die Trocknungstemperatur beim erfindungsgemäßen Verfahren so gewählt, daß im Polymergranulat noch keine störenden Verbackungen eintreten, die die Transportfähigkeit (pneumatisch oder mittels Schwerkraft) behindern oder gar verhindern und daß noch kein hydrolytischer Abbau des Polymeren eintritt.

Als besonders zweckmäßig und vorteilhaft hat es sich erwiesen, die Behandlung des Polymers mit dem Trockengas bei normaler Umgebungstemperatur vorzunehmen.

Von großer Bedeutung für das erfindungsgemäße Verfahren ist der Einsatz eines Trockengases dessen Taupunkt unterhalb von -25°C liegt. Prinzipiell ist der Trocknungseffekt umso günstiger je niedriger der Taupunkt des Trockengases gewählt wird. Da der Aufwand für die Trocknung des Trockengases umso höher wird, je niedriger der Taupunkt abgesenkt werden soll, ergibt sich eine Taupunktstemperatur, unterhalb der die Ökonomie des erfindungsgemäßen Verfahrens allmählich wieder abnimmt. Diese Untergrenze liegt bei etwa -60°C. Es ist daher zweckmäßig den Taupunkt des Trockengases im Bereich von -25 bis -60°C vorzugsweise im Bereich von -30 bis -40°C einzustellen.

Die Dauer der erfindungsgemäßen Trocknung wird so eingerichtet, daß das Polymermaterial einen bei der Weiterverarbeitung tolerierbaren Wassergehalt aufweist. Zweckmäßigerweise wird die Behandlung des Polymers mit dem Trockengas solange fortgesetzt, bis der Wassergehalt des Polymers weniger als 0,02 Gew.-%-Punkte, vorzugsweise weniger 0,01 Gew.-%-Punkte, über der sich aus dem Taupunkt des Trockengases und der Granulattemperatur ergebenden theoretischen Gleichgewichtsfeuchte liegt.

Für das erfindungsgemäße Verfahren werden die Polymerisate oder Polykondensate in Form von festen Partikeln, beispielsweise in Form von Schnitzeln oder Granulat eingesetzt, wobei die Partikel zweckmäßigerweise eine mittlere Korngröße von unter 8 mm, vorzugsweise im Bereich von 2 bis 5 mm haben.

Besondere Vorteile können mit dem erfindungsgemäßen Verfahren für die Ökonomie des Gesamtprozesses dann erzielt werden, wenn die Behandlung der Polymerpartikel mit dem Trockengas in einem Lagerbehälter (z. B. einem Granulatsilo) erfolgt, wobei man den zusätzlichen Vorteil erhält, daß die Lagerzeit für die Trocknung des Polymermaterials ausgenutzt werden kann. Weiterhin ist es besonders vorteilhaft, daß es bei dem erfindungsgemäßen Verfahren bei der Vortrocknung zu keinen Verbackungen des Polymergranulats kommt, selbst wenn dieses einen sehr niedrigen Schmelzpunkt hat. Auf eine Bewegung der Partikelmasse kann daher verzichtet werden.

Besondere Vorteile bietet das erfindungsgemäße Verfahren für die Trocknung von Polykondensaten wie z. B. Polyamiden und Polyestern. Mit besonderem Vorteil wird das erfindungsgemäße Verfahren zur Trocknung von Polyestern, die vorzugsweise überwiegend aus Äthylenterephthalatbaugruppen bestehen, eingesetzt.

Besondere Vorteile bringt das erfindungsgemäße Verfahren auch bei Polymermaterialien, die einen Erweichungspunkt unter 150°C, insbesondere unter 130°C aufweisen, wie z. B. bei speziellen Polyestertypen, die einen hohen Anteil aliphatischer Kettenglieder aufweisen, oder die einen hohen Anteil schmelzpunktniedrigender Modifizierungskomponenten enthalten. Derartige niedrigschmelzende Polyester oder andere Polymermaterialien haben eine technische Bedeutung z. B. als Schmelzbinder, wobei sie mit besonderem Vorteil in Form von Schmelzbindefasern eingesetzt werden. Auch bei solchen niedrigschmelzenden Polyestern ist es von großem Interesse, daß beim Schmelzspinnen ein möglichst geringer hydrolytischer Abbau und damit ein möglichst geringer Festigkeitsverlust eintritt. Mit herkömmlichen Trockenprozessen, die bei hoher Temperatur arbeiten, ist eine ausreichende Trocknung derartiger niedrigschmelzender Materialien, die unter 150 oder 130°C erweichen und damit stark zum Verkleben und Verbacken neigen, entweder nicht möglich oder, wie z. B. bei der Vakuum-Taumeltrocknung, mit untolerierbar großen Nachteilen, wie Polymerabrieb und Staubbildung, sowie Verbackungen verbunden. Es hat sich überraschenderweise gezeigt, daß diese niedrigschmelzenden bzw. bei niedriger Temperatur erweichenden Polymermaterialien durch das erfindungsgemäße Verfahren bis zu einem Wassergehalt getrocknet werden können, der beim Weiterverarbeiten, z. B. durch Extrusion, noch toleriert werden kann.

Ganz besondere Vorteile bietet das erfindungsgemäße Verfahren zur Trocknung solcher Polymere, die durch



chemische Modifizierung stark hygroskopische Eigenschaften aufweisen oder die durch chemische Modifizierung Bindungen aufweisen, die mit Wasser bereits bei relativ niedriger Temperatur in störender Weise irreversibel reagieren.

Zur Trocknung von hochschmelzenden, abbaufähigen Polymerisaten und Polymerkondensaten kann das oben beschriebene, vorzugsweise bei Temperaturen unter 100°C arbeitende erfindungsgemäße Trocknungsverfahren mit besonderem Vorteil mit einem bei hoher Temperatur arbeitenden herkömmlichen Trocknungsverfahren kombiniert werden. Es hat sich überraschenderweise gezeigt, daß durch eine solche Kombination insgesamt eine bessere Trocknung mit geringerem Polymerabbau während des Trocknungsverfahrens und geringerem Extrusionsabbau erreicht werden kann, so daß das Kombinationsverfahren zu Produkten mit deutlich erhöhten Festigkeitswerten führt. Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist somit ein zweistufiges Verfahren zum Trocknen von abbaufähigen Polymerisaten und Polykondensaten durch Behandlung der Polymeren in Form von festen Partikeln mit einem Trockengas, wobei das Polymer einer Vortrocknung unterzogen wird, durch Behandlung mit einem Trockengas bei einer Temperatur unterhalb von 100°C, wobei ein Trockengas eingesetzt wird, dessen Taupunkt unter -30°C liegt und anschließend die vorgetrockneten Polymerpartikel einer Nach Trocknung in einem üblichen Trockenaggregat mit einem Trockengas bei einer Temperatur oberhalb 100°C unterworfen werden.

Die Bedingungen und insbesondere die bevorzugten Bedingungen der Vortrocknung bei diesem zweistufigem Verfahren entsprechen den oben beschriebenen Verfahrensbedingungen, die bei dem bei niedriger Temperatur durchgeführten erfindungsgemäßen Trocknungsverfahren angewendet werden. Die Nach Trocknung bei dem zweistufigen erfindungsgemäßen Verfahren erfolgt zweckmäßigerweise bei einer Temperatur oberhalb 120°C insbesondere oberhalb 140°C.

Die Nach Trocknung kann mit einem Trockengas von erheblich höherem Taupunkt durchgeführt werden, da die hohe Granulattemperatur für die erforderliche Verschiebung des Feuchtgleichgewichts zu geringen Werten sorgt.

Vorzugsweise kann zur Nach Trocknung beim zweistufigen erfindungsgemäßen Verfahren ein Trockengas eingesetzt werden, dessen Taupunkt zweckmäßigerweise unter -20°C, vorzugsweise unter -30°C liegt. Die Nach Trocknung wird solange fortgesetzt, bis das Polymer weniger als 0,01% vorzugsweise weniger als 0,005% Feuchtigkeit enthält. Auch beim zweistufigen erfindungsgemäßen Verfahren sollen die Polymerpartikel d. h. die Granulate oder Schnitzel eine mittlere Korngröße von unter 8 mm, vorzugsweise von 2 bis 5 mm haben. Beim zweistufigen erfindungsgemäßen Verfahren arbeitet man bei der Nach Trocknung mit besonderem Vorteil unter langsamer Bewegung der Partikelmasse. Die folgenden Ausführungsbeispiele veranschaulichen die Wirkungsweise und die Durchführung der erfindungsgemäßen Verfahren.

#### Beispiel 1

Ein Silo mit 40 t Granulat aus unmodifiziertem Polyäthylenterephthalat wurde von unten mittels 150 m<sup>3</sup>/h Luft von 20°C und einem Taupunkt von -20°C (0,9 g Wasser/m<sup>3</sup> Luft) während 14 Tage durchströmt.

Der Ausgangswassergehalt des Granulats betrug 0,025%, die Granulattemperatur lag bei 20°C. Tabelle 1 enthält die an 4 Probeentnahmestellen (Silo oben, unten und Bühnen 1 und 2) nach 14 Tagen gefundenen Feuchtigkeitswerte im Vergleich zu einem nicht durchblasenen Silo.

Tabelle 1

Granulatfeuchte (% H<sub>2</sub>O)

		mit Durch- blasung	ohne Durch- blasung
55	Silo oben	0,04	0,06
	Bühne 2	0,06	0,04
60	Bühne 1	0,07	0,025
	Silo unten	0,08	0,03

Das Beispiel zeigt, daß mittels Luft vom Taupunkt -20°C das Granulat, ausgehend von 0,025% H<sub>2</sub>O, im Silo von unten nach oben zunehmend feuchter wird. Dementsprechend weist die Luft am oberen Siloausgang einen niedrigeren Taupunkt auf als die unten in das Silo eintretende Luft.

Ohne Durchblasung nimmt das Granulat aus dem für das Befüllen der Silos installierte Luftsystem von oben

Feuchtigkeit auf. Die Wasseraufnahme von unten ist hierbei wegen des dort eingebauten Schiebers geringer.

Verwendet man hingegen für das Durchströmen des Silo Luft vom Taupunkt  $-35^{\circ}\text{C}$ , so nimmt die Granulatfeuchtigkeit, ausgehend von z. B. 0,20%  $\text{H}_2\text{O}$ , kontinuierlich ab und nähert sich asymptotisch einen Gleichgewichtswert. Dieser ist unabhängig vom Ausgangswassergehalt des Granulats, er wird jedoch von der Feuchte (Taupunkt) der Durchblasungsluft und der Chipstemperatur bestimmt (Tabelle 2).

Tabelle 2

Gleichgewichtsfeuchte (%  $\text{H}_2\text{O}$ ) von PET-Granulat in Abhängigkeit von der Granulattemperatur und der Feuchtigkeit der Durchblasungsluft

Granulat- temp. $^{\circ}\text{C}$	Taupunkt der Durchblasungsluft ( $^{\circ}\text{C}$ )				
	-40	-35	-30	-25	-20
-30	0,28	0,45	0,86	1,54	2,48
-20	0,12	0,20	0,37	0,66	1,02
-10	0,06	0,09	0,17	0,30	0,46
0	0,03	0,04	0,08	0,15	0,23
+10	0,01	0,02	0,04	0,08	0,12
+20	< 0,01	0,01	0,02	0,04	0,06
+30	< 0,01	< 0,01	0,01	0,02	0,03

Die Geschwindigkeit der Feuchtigkeitsabnahme des Granulats hängt überwiegend von der Diffusionsgeschwindigkeit des Wassers aus dem Granulat ab. Höhere Blasluftmengen beschleunigen den Trocknungsvorgang nur geringfügig. Erfahrungsgemäß dauert es ca. 10 Tage, um 50 t PET-Granulat im Silo von 0,2 auf < 0,02%  $\text{H}_2\text{O}$  zu trocknen (Granulat- und Lufttemperatur  $20^{\circ}\text{C}$ , Blaslufttaupunkt  $-35^{\circ}\text{C}$ , Luftmenge  $50 \text{ m}^3/\text{h}$ ).

Die Feuchtigkeitsabnahme des Rohstoffs erfolgt bei der Silodurchblasung bei niedrigen Temperaturen. Der bei den Standardtrocknungsverfahren insbesondere bei höheren Wassergehalten zu beachtende hydrolytische Viskositätsabbau wird dabei vollständig vermieden. Durch den mittels Vortrocknung erhaltenen niedrigen Wassergehalt von < 0,02 Gew.-%  $\text{H}_2\text{O}$  kann bei einer eventuell nachgeschalteten herkömmlichen Trocknung bei  $> 100^{\circ}\text{C}$  der Abbau des Polymeren in einem akzeptablen Bereich gehalten werden.

## Beispiel 2

PET-Rohstoffe, die durch chemische Modifizierung hygroskopische Eigenschaften besitzen, nehmen bei normaler Lagerung im Silo rasch Wasser aus der Umgebungsluft auf. Innerhalb weniger Stunden können dabei in den oberen Schichten Wasserwerte von 0,25% und mehr erreicht werden, wobei sich die Feuchtigkeitszunahme in kurzer Zeit nach unten im Silo fortsetzt.

Um den wegen des hohen Wassergehaltes bei den Standard-Trocknungsverfahren zu erwartenden nicht tolerierbaren hohen Viskositätsabbau zu vermeiden, kann auch bei solch hygroskopischen Rohstoffen eine Trocknung im Silo bei Umgebungstemperatur mittels Durchblasung mit entsprechend getrockneter Luft vorge-schaltet werden.

Trocknungsgeschwindigkeit und die erreichbare Endfeuchtigkeit (abhängig von der Granulattemperatur und der Durchblasungsluftfeuchte) unterscheiden sich nicht wesentlich von denjenigen nichtmodifiziertem Polyäthylenterephthalats.

## Beispiel 3

Ein ebenfalls modifizierter PET-Rohstoff weist chemische Bindungen auf, die mit Wasser bereits ab etwa  $70^{\circ}\text{C}$  irreversibel reagieren. Diese hydrolytischen Abbaureaktionen wirken sich bei der Standardtrocknung bereits ab einem Granulatwassergehalt von  $\geq 0,03\%$  so nachteilig aus, daß er nicht mehr hingenommen werden kann.

Durch eine Silodurchblasung bei Temperaturen  $< 70^{\circ}\text{C}$  können wie bei Normalpolyester die Wasserwerte auf ein akzeptables Niveau abgesenkt werden, ohne daß es zu störenden hydrolytischen Abbaureaktionen kommt.

Ein modifizierter PET-Rohstoff besitzt einen Schmelzpunkt von 110°C. Eine Trocknung unter üblichen Bedingungen (Lufttemperatur z. B. 180°C) scheidet daher aus. Andere Trocknungsarten (wie Vakuumtaumel-

5 trocknung) führen zu Staubbildung, die bei der nachfolgenden Verarbeitung zu Störungen führt.  
Eine Durchblasung im Silo bei Umgebungstemperatur mit Luft vom Taupunkt -40°C führt in ca. 8 Tagen zu einem für die Weiterverarbeitung ausreichend niedrigen Endwassergehalt.

#### Patentansprüche

- 10 5 1. Verfahren zum Trocknen von abbaugefährdeten Polymerisaten und Polykondensaten durch Behandlung der Polymeren in Form von festen Partikeln mit einem Trockengas in einer geeigneten Trockenvorrichtung, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung bei einer Temperatur unterhalb 100°C vorgenommen und ein Trockengas eingesetzt wird, dessen Taupunkt unter -25°C liegt.
- 15 2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung des Polymers mit dem Trockengas bei einer Temperatur unterhalb 60°C, insbesondere unterhalb von 35°C vorgenommen wird.
3. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung des Polymers mit dem Trockengas bei normaler Umgebungstemperatur vorgenommen wird.
- 20 4. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß zur Behandlung des Polymers ein Trockengas eingesetzt wird, dessen Taupunkt im Bereich von -30 bis -40°C liegt.
5. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung des Polymers mit dem Trockengas solange fortgesetzt wird, bis der Wassergehalt des Polymers weniger als 0,02 Gew.-%-Punkte, vorzugsweise weniger als 0,01 Gew.-%-Punkte, über der sich aus dem Taupunkt des Trockengases und der Granulattemperatur ergebenden theoretischen Gleichgewichtsfeuchte liegt.
- 25 6. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Partikel des behandelten Polymers eine mittlere Korngröße von unter 8 mm, vorzugsweise von 2 bis 5 mm haben.
7. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Behandlung der Polymerpartikel mit dem Trockengas in einem gebräuchlichen Lagerbehälter (z. B. Granulatsilo) erfolgt.
- 30 8. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer durch chemische Modifizierung stark hygroskopische Eigenschaften aufweist oder das durch chemische Modifizierung Bindungen aufweist, die mit Wasser bereits bei relativ niedriger Temperatur in störender Weise irreversibel reagieren.
- 35 9. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer ein Polykondensat ist.
10. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer ein Polyester, der vorzugsweise überwiegend aus Ethylenterephthalat-Baugruppen besteht, ist.
- 40 11. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer einen Erweichungspunkt unter 150°C, insbesondere unter 130°C, aufweist.
12. Zweistufiges Verfahren zum Trocknen von abbaugefährdeten Polymerisaten und Polykondensaten durch Behandlung der Polymeren in Form von festen Partikeln mit einem Trockengas, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer einer Vortrocknung unterzogen wird durch Behandlung mit einem Trockengas bei einer Temperatur unterhalb 100°C, wobei ein Trockengas eingesetzt wird, dessen Taupunkt unter -30°C liegt, und anschließend die vorgetrockneten Polymerpartikel einer Nachtrocknung in einem üblichen Trockenaggregat mit einem Trockengas bei einer Temperatur oberhalb 100°C unterworfen werden.
- 45 13. Verfahren gemäß Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Vortrocknung bei einer Temperatur unterhalb 60°C, insbesondere unterhalb von 35°C vorgenommen wird.
14. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 12 und 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Vortrocknung bei normaler Umgebungstemperatur vorgenommen wird.
- 50 15. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 12 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß zur Vortrocknung ein Trockengas eingesetzt wird, dessen Taupunkt unter -25°C liegt.
16. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 12 bis 15, dadurch gekennzeichnet, daß die Vortrocknung solange fortgesetzt wird, bis der Wassergehalt des Polymers weniger als 0,02%-Punkte, vorzugsweise weniger als 0,01 Gew.-%-Punkte, über der sich aus dem Taupunkt des Trockengases und der Granulattemperatur ergebenden theoretischen Gleichgewichtsfeuchte liegt.
- 55 17. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 12 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Vortrocknung in einem gebräuchlichen Lagerbehälter, z. B. einem Granulatsilo, erfolgt.
18. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 12 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Vortrocknung während der Lagerzeit erfolgt.
- 60 19. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 12 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Nachtrocknung bei einer Temperatur oberhalb 120°C, insbesondere oberhalb von 140°C vorgenommen wird.
20. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 12 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß zur Nachtrocknung ein Trockengas eingesetzt wird, dessen Taupunkt unter -20°C, vorzugsweise unter -30°C, liegt.
21. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 12 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß die Nachtrocknung solange fortgesetzt wird, bis das Polymer weniger als 0,01%, vorzugsweise weniger als 0,005%, Feuchtigkeit enthält.
- 65 22. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 12 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß die Nachtrocknung unter langsamer Bewegung der Partikelmasse erfolgt.

23. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 12 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß das die Partikel des behandelten Polymers eine mittlere Korngröße von unter 8 mm, vorzugsweise von 2 bis 5 mm haben.

24. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 12 bis 23, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer ein Polykondensat ist.

25. Verfahren gemäß mindestens einem der Ansprüche 12 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer ein Polyester, der vorzugsweise überwiegend aus Ethylenterephthalat-Baugruppen besteht, ist.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65



- Leerseite -

Best Available Copy